

PCT/JP01/03647

日 本 国 特 許 庁 26.04.01
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 8月 2日

REC'D 22 JUN 2001

WIPO PCT

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-234047

出 願 人
Applicant(s):

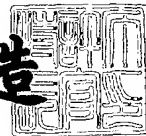
出光石油化学株式会社

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2001年 5月31日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3048787

特 2 0 0 0 - 2 3 4 0 4 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 N00-0094

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08L 69/00
G11B 7/24

【発明の名称】 光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂及び光学式
ディスク基板

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1

【氏名】 富岡 達矢

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1

【氏名】 川東 宏至

【発明者】

【住所又は居所】 東京都墨田区横網一丁目 6 番 1 号

【氏名】 長佐 宗廣

【特許出願人】

【識別番号】 000183657

【氏名又は名称】 出光石油化学株式会社

【代理人】

【識別番号】 100081765

【弁理士】

【氏名又は名称】 東平 正道

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 041472

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

特 2 0 0 0 - 2 3 4 0 4 7

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0000758

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂及び光学式ディスク基板

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の条件を満足することを特徴とする光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

①粘度平均分子量が10,000～17,000である

②鉄分量が0.2ppm以下である

③ $^1\text{H-NMR}$ にて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta=7.0\sim7.5$ ppmの強度を1,000とした場合、 $\delta=1.02\sim1.08$ 及び $6.69\sim6.73$ ppmのシグナルの強度が0.01以下である

④離型剤を100～500ppm含有する

【請求項2】 離型剤を150～350ppm含有するものである請求項1記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

【請求項3】 離型剤が多価アルコール脂肪酸エステルである請求項1又は2に記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

【請求項4】 多価アルコール脂肪酸エステルがグリセリンの脂肪酸モノエステルである請求項3記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂からなる光学式ディスク基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂及び光学式ディスク基板に関し、さらに詳しくは、バリによる欠陥が少ない光学式ディスク基板の素材として適したポリカーボネート樹脂及び該樹脂からなる光学式ディスク基板に関する。

【0002】

【従来の技術】

ポリカーボネート樹脂は、透明性、耐熱性、低吸水性が優れているため、CD、CD-ROM、MO、CD-R、CD-RW、DVD-ROM、DVD-R、DVD-RAM等の光学式ディスクの基板に広く使用されている。こうした光学式ディスク基板は、通常、射出成形で、金型内に配設されたスタンプと呼ばれるニッケルの薄板にピットやグルーブといった信号が刻印されている面が、成形されるポリカーボネート樹脂製基板に転写され、製造する方法が採用される場合が多い。

【0003】

近年における光学式ディスク基板の製造においては、一つの工場において数十から百台を超える成形機が導入されて省力化が図られ、更なる量産効果の向上が追求されていると同時に品質の管理も徹底的に行われている。しかしながら、その中でスタンプの交換や成形機の成形条件の変更等がなく、かつポリカーボネート樹脂の分子量、分子量分布、ガラス転移温度のほか流動性を規定する因子が一定範囲内で安定しているにもかかわらず、突発的にディスク基板センターホールのスプルーカット時に離型不良が発生し、その離型不良によってディスク基板外周部もしくは外周部の微細なバリが金型と擦り落ちて発生したと考えられる樹脂屑混入により、ディスク基板の歩留まりが数%～数十%程度低下する場合がある。この現象を一般にバリによる欠陥と呼び、これを防ぐためには離型剤の添加量を増やすことにより解決できる。しかし、光学的性質の欠陥の発生、特に恒温恒湿下での加速劣化試験においてポリカーボネート樹脂の偏光白濁欠陥の発生が促進される傾向が見られ、光学的ディスクとしての記録データ保存に対する信頼性も低下するために離型剤の添加量を必要以上に増やすことはできない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記状況を鑑みなされたもので、離型剤の添加量を必要以上に増やすことなく、バリによる欠陥が少ない光学式ディスク基板の素材として適したポリカーボネート樹脂及び該樹脂からなる光学式ディスク基板を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、種々検討を重ねた結果、ポリカーボネート樹脂中の鉄分量及び ^1H -NMRスペクトルとバリによる欠陥発生に相関性があることを見出し、これに基づいて本発明を完成するに至った。

【0006】

すなわち、本発明の要旨は下記の通りである。

1. 下記の条件を満足することを特徴とする光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

①粘度平均分子量が10,000～17,000である

②鉄分量が0.2ppm以下である

③ ^1H -NMRにて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta=7.0\sim7.5$ ppmの強度を1,000とした場合、 $\delta=1.02\sim1.08$ 及び $6.69\sim6.73$ ppmのシグナルの強度が0.01以下である

④離型剤を100～500ppm含有する

2. 離型剤を150～350ppm含有するものである前記1記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

3. 離型剤が多価アルコール脂肪酸エステルである前記1又は2に記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

4. 多価アルコール脂肪酸エステルがグリセリンの脂肪酸モノエステルである前記3記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

5. 前記1～4のいずれかに記載の光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂からなる光学式ディスク基板。

【0007】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

まず、本発明の光学式ディスク基板に使用されるポリカーボネート樹脂について説明する。

そのポリカーボネート樹脂としては、その化学構造や製造法については特に制限はなく種々のものを用いることができる。例えば、二価フェノールとカーボネート前駆体との反応により製造される芳香族ポリカーボネート樹脂が好適に用いられる。製造方法については、溶液法、熔融法いずれも採用できる。

【0008】

上記の二価フェノールとしては、種々のものが用いられるが、例えば、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル)プロパン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ケトン、ハイドロキノン、レゾルシン、カテコールなどが好適なものとして挙げられる。これら二価フェノールの中でも、ビス(ヒドロキシフェニル)アルカン、特に2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン〔ビスフェノールA〕が好ましい。そして、これらの二価フェノールは、それぞれ単独で用いてもよいし、二種以上を混合して用いてもよい。

【0009】

また、カーボネート前駆体としては、カルボニルハライド、カルボニルエステル、またはハロホーマートなどを用いることができる。さらに具体的には、ホスゲン、二価フェノールのジハロホーマート、ジフェニルカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネートなどである。

【0010】

そして、このポリカーボネート樹脂の化学構造は、その分子鎖が線状構造または環状構造もしくは分岐構造を有しているものを用いることができる。このうち、分岐構造を有するポリカーボネート樹脂としては、分岐剤として、1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、 α , α' , α'' -トリス(4-ヒドロキシフェニル)-1, 3, 5-トリイソプロピルベンゼン、フロログルシン、トリメリット酸、イサチンビス(オクレゾール)などを用いて製造したもの

が好ましく用いられる。また、このポリカーボネート樹脂として、テレフタル酸などの2官能性カルボン酸、またはそのエステル形成誘導体などのエステル前駆体を用いて製造されたポリエステルカーボネート樹脂を用いることもできる。さらに、これら種々の化学構造を有するポリカーボネート樹脂の混合物を用いることもできる。

【0011】

また、これらポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量は、通常10,000～30,000である。この粘度平均分子量(M_v)は、ウペローデ型粘度計を用いて、20℃における塩化メチレン溶液の粘度を測定し、これより極限粘度[η]を求め、 $[\eta] = 1.23 \times 10^{-5} M_v^{0.83}$ の式により算出した値である。このようなポリカーボネート樹脂の分子量の調節には、フェノール、p-トープチルフェノール、p-ト-オクチルフェノール、p-クミルフェノール、p-ドデシルフェノールなどが用いられる。

【0012】

上記の方法で製造したポリカーボネート樹脂のフレークに離型剤、必要によりリン系酸化防止剤を20～100ppm添加した後、押出し機でペレット化する。このペレット中の離型剤が100～500ppm(好ましくは150～350ppm)となるようにする必要がある。

離型剤が100ppm未満であると、離型不良によるバリによる欠陥の発生が増大し、500ppmを超えると、光学ディスクとしての偏光白濁欠陥が発生しやすくなり好ましくない。

【0013】

また、そのペレットの粘度平均分子量が10,000～17,000であって、鉄分量が0.2ppm以下であり、¹H-NMRにて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフトδ=7.0～7.5ppmの強度を1,000とした場合、δ=1.02～1.08及び6.69～6.73ppmのシグナルの強度が0.01以下である。そのδ=1.02～1.08及び6.69～6.73ppmのシグナルは何らかの不純物に起因するものと思われる。

【0014】

上記の性質のうち、鉄分量と $^1\text{H-NMR}$ スペクトルを満足させるためには、特に限定されないが、フェノールとアセトンとの反応後の混合物から未反応アセトン、副生水及び助触媒のアルキルメルカプタンを蒸留除去した残液を、酸型イオン交換樹脂と接触させる方法のようにビスフェノールAを製造する段階で精製するのがより効果的である。

【0015】

前記の離型剤としては、好ましくは、多価アルコールの脂肪酸エステルが使用され、グリセリン、トリメチルプロパン、ヘキサントリオール等の3価のアルコールや、ペンタエリスリトール、メソエリスリトール、キシリトール、ソルビトール等の4価以上のアルコールと、炭素数10～30の脂肪酸との部分エステルが挙げられる。脂肪酸としては、カプリン酸、ウンデカン酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリスチン酸、ペンタデカン酸、パルミチン酸、マルガリン酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、エイコサン酸、ベヘン酸等が挙げられる。具体的には、グリセリンモノステアレート、グリセリンモノパルミテート、グリセリンモノミリステート、グリセリンモノラウレート等のグリセリンモノエステル、ペンタエリスリトールジステアレート、ペンタエリスリトールトリステアレート、ペンタエリスリトールモノパルミテート、ペンタエリスリトールジパルミテート、メソエリスリトールトリラウレート、キシリトールジステアレート、キシリトールトリステアレート、キシリトールテトラステアレート等が用いられる。これらのエステルは単独でも、二種以上を併用することもできる。なかでも、グリセリンの脂肪酸モノエステルが好ましい。

【0016】

リン系酸化防止剤として、例えば、トリメチルホスファイト、トリエチルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリオクチルホスファイト、トリノニルホスファイト、トリデシルホスファイト、トリオクタデシルホスファイト、ジステアрилペンタエリスチルジホスファイト、トリス(2-クロロエチル)ホスファイト、トリス(2,3-ジクロロプロピル)ホスファイトなどのトリアルキルホスファイト；トリシクロヘキシルホスファイトなどのトリシクロアルキルホスファイト；トリフェニルホスファイト、トリクレジルホスファイト、トリス(エチ

ルフェニル)ホスファイト, トリス(ブチルフェニル)ホスファイト, トリス(ノニルフェニル)ホスファイト, トリス(ヒドロキシフェニル)ホスファイトなどのトリアリールホスファイト; 2-エチルヘキシルジフェニルホスファイトなどのモノアルキルジアリールホスファイト; トリメチルホスフェート, トリエチルホスフェート, トリブチルホスフェート, トリオクチルホスフェート, トリデシルホスフェート, トリオクタデシルホスフェート, ジステアリルペンタエリスリチルジホスフェート, トリス(2-クロロエチル)ホスフェート, トリス(2, 3-ジクロロプロピル)ホスフェートなどのトリアルキルホスフェート; トリシクロヘキシルホスフェートなどのトリシクロアルキルホスフェート; トリフェニルホスフェート, トリクレジルホスフェート, トリス(ノニルフェニル)ホスフェート, 2-エチルフェニルジフェニルホスフェートなどのトリアリールホスフェートなどが挙げられる。これらは単独でも、二種以上を併用することもできる。

【0017】

上述したように、ポリカーボネート樹脂は、ペレットの状態で、粘度平均分子量を10,000~17,000、鉄分量を0.2ppm以下、及び $^1\text{H-NMR}$ にて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta=7.0\sim 7.5\text{ppm}$ の強度を1,000とした場合、 $\delta=1.02\sim 1.08$ 及び $6.69\sim 6.73\text{ppm}$ のシグナルの強度が0.01以下である必要がある。鉄分量が多すぎたり、上記の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルの条件を満足しないと、バリによる欠陥が多く発生する。

【0018】

また、粘度平均分子量が10,000未満であると、成形品の機械的強度が低下し、17,000を超えると、成形時の流動性不足により成形品に歪みが残り、光学的特性が低下し好ましくない。なお、鉄分量、 $^1\text{H-NMR}$ の測定法は下記のとおりである。

(1) 鉄分量

試料を灰化した後、グラファイトファーネス原子吸光法にて定量分析した。

(2) $^1\text{H-NMR}$

試料 40 mg を径 5 mm の NMR 試料管に採取し、重クロロホルム 0.6 ミリリットルで室温下で均一に溶解させ、日本電子社製 500 MHz NMR (LAMBDA-500) にて下記の条件で ^1H -NMR を測定した。

【0019】

測定条件

パルス幅	45 度
パルス繰り返し時間	9 sec
積算回数	256 回
化学シフト基準	テトラメチルシラン
測定温度	室温
BF 値	0.15

本発明の光学式ディスク基板は、上記ポリカーボネート樹脂ペレットを射出成形法、押出成形法など任意の成形方法で成形することにより得ることができる。なかでも、スタンプを使用した射出成形法が好適である。

【0020】

【実施例】

次に、実施例および比較例により、本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの例によって何ら限定されるものではない。

【実施例 1】

(1) ビスフェノール A の製造

内径 20 mm、高さ 1,500 mm の充填層式の反応器にスルホン酸型陽イオン交換樹脂 (三菱化学 (株) 製、ダイヤイオン-104H) を充填した。反応温度 80℃ に保ち、反応器入口より、フェノール、アセトン及びエチルメルカプタンを、フェノール/アセトン (モル比) = 10、アセトン/メルカプタン (モル比) = 20、LHSV = 1 Hr^{-1} の条件で流通させ、反応を行った。アセトン転化率 75% に落ち着いたところで、反応混合物から圧力 66.6 kPa、温度 172℃ にて未反応アセトン、副生水及び一部の過剰フェノールを留去した。その塔底液を、内径 20 mm、高さ 1,500 mm の充填層式の反応器に充填したスルホン酸型陽イオン交換樹脂 (三菱化学 (株) 製、ダイヤイオン-104H) と

温度80℃、 $LHSV=3\text{ H r}^{-1}$ で接触させた。次いで、その接触液を、圧力15.7 kPa、温度134℃にて過剰フェノールを留去し、ビスフェノールA濃度を4.0質量%に濃縮した。この濃縮液を43℃に冷却してフェノールアダクトを晶析し、次いで固液分離した。フェノールアダクトは、圧力4.0 kPa、温度170℃にてフェノールを除去しビスフェノールAを得た。

【0021】

(2) ポリカーボネートオリゴマーの調製

5質量%水酸化ナトリウム水溶液400リットルに、上記の方法で製造したビスフェノールA60kgを溶解させ、ビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液を調製した。

次いで、室温に保持したこのビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液を138リットル/h rの流量で、またメチレンクロライド69リットル/h rの流量で、内径10mm、管長10mの管型反応器にオリフィス板を通して導入し、これにホスゲンを10kg/h rの流量で吹き込み、3時間連続的に反応させた。ここで用いた管型反応器は二重管になっており、ジャケット部には冷却水を通して反応液の反応温度を25℃に保った。

また、排出液のpHを10~11に示すように調整した。このようにして得られた反応液を静置することにより、水相を分離除去し、メチレンクロライド相(220リットル)を採取し、ポリカーボネートオリゴマー溶液を得た。

【0022】

(3) ポリカーボネートの製造

上記(2)で得られたポリカーボネートオリゴマー溶液10リットルに、p-tert-ブチルフェノール118gを溶解させ、これに水酸化ナトリウム水溶液(NaOH; 75g, 水; 1リットル)とトリエチルアミン1.17ミリリットルを加え、300rpmで常温にて30分間攪拌した。次いで、メチレンクロライド8リットル及びビスフェノールAの水酸化ナトリウム水溶液(ビスフェノールA; 607g, NaOH; 320g, 水; 5リットル)を加え、500rpmで常温にて1時間攪拌した。その後、メチレンクロライド5リットルを加え、500rpmで常温にて10分間攪拌した。攪拌停止後、静置分離し、有機相を得た。

この有機相を0.03規定の水酸化ナトリウム水溶液5リットルでアルカリ洗浄、0.2規定の塩酸5リットルで酸洗浄及び水5リットルで水洗(2回)を順次行った後、メチレンクロライドを留去し、フレーク状のポリカーボネートを得た。得られたポリカーボネートフレークを120℃で48時間真空乾燥させ、粘度平均14,500のポリカーボネートフレークを得た。同様な操作により約50kgのポリカーボネートフレークを得た。

【0023】

(4) ペレットの製造

上記(3)で得られたフレーク状のポリカーボネートに離型剤としてグリセリンモノステアレート(300ppm)、リン系酸化防止剤としてトリス(2,4-ジ-*n*-ブチルフェニル)ホスファイトを40ppm添加した後、押出し機でペレット化した。このペレットの粘度平均分子量は14,200、鉄分量は0.1ppm、¹H-NMRにて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta=7.0\sim 7.5$ ppmの強度を1,000とした場合、 $\delta=1.02\sim 1.08$ 及び $6.69\sim 6.73$ ppmのシグナルの強度が0(未検出)(図1,図2,図5,図6参照)、離型剤量は250ppmであった。

【0024】

(5) 成形及び検査

上記(4)で得られたペレットを射出成形機(住友重機械社製:DISK5)に供給し、下記の条件で径130mm、厚み1.2mmのディスク基板を600枚製造した。

シリンダー温度:325℃

金型温度:90℃(スタンパ側)/85℃

スタンパ:CD-ROM用

得られたディスク基板を傷欠陥検査機で検査した結果、バリによる欠陥品は4.5%であった。また、ディスク基板を90℃、90%の恒温恒湿で300時間加速劣化させた後、電気特性検査機を用いて測定したところ、ブロックエラーレートは6であった。

【0025】

〔比較例 1〕

(1) ビスフェノール A の製造

実施例 1 の (1) において、反応後の混合物から未反応アセトン、副生水及び一部の過剰フェノールを除去した塔底液をスルホン酸型陽イオン交換樹脂と接触させなかったこと以外は同様にビスフェノール A を製造した。

(2) ポリカーボネートオリゴマーの調製

実施例 1 の (2) と同様にして、比較例 1 の (1) で製造されたビスフェノール A を使用してポリカーボネートオリゴマー溶液を得た。

(3) ポリカーボネートの製造

実施例 1 の (3) と同様にして、比較例 1 の (2) で製造されたポリカーボネートオリゴマー溶液を使用して粘度平均分子量 14,300 のポリカーボネートフレークを得た。

【 0 0 2 6 】

(4) ペレットの製造

上記 (3) で得られたフレーク状のポリカーボネートに離型剤としてグリセリンモノステアレート 300ppm、リン系酸化防止剤としてトリス (2,4-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスファイト 40ppm 添加した後、押出し機でペレット化した。このペレットの粘度平均分子量は 14,000、鉄分量は 0.3ppm、離型剤量は 250ppm であり、 $^1\text{H-NMR}$ にて測定したスペクトルにてフェニル環のプロトンに基づくシグナルの化学シフト $\delta = 7.0 \sim 7.5$ ppm の強度を 1,000 とした場合、 $\delta = 1.04$ ppm に一本のシグナルが見られ、強度は 0.23、及び $\delta = 6.69, 6.71$ ppm にシグナルが見られ、強度は 0.90、0.32 であった (図 3 ~ 図 6 参照)。

(5) 成形及び検査

上記 (4) で得られたペレットを使用し、実施例 1 の (5) と同様にして径 130mm、厚み 1.2mm のディスク基板を 600 枚製造した。

得られたディスク基板を傷欠陥検査機で検査した結果、バリによる欠陥品は 15% であった。

【 0 0 2 7 】

〔比較例 2〕

(1) ビスフェノール A の製造

実施例 1 の (1) と同様にしてビスフェノール A を得た。

(2) ポリカーボネートオリゴマーの調製

実施例 1 の (2) と同様にしてポリカーボネートオリゴマー溶液を得た。

(3) ポリカーボネートの製造

実施例 1 の (3) と同様にしてポリカーボネートポリカーボネートフレークを得た。

【0028】

(4) ペレットの製造

上記 (3) で得られたフレーク状のポリカーボネートに離型剤としてグリセリンモノステアレート 600 ppm 、リン系酸化防止剤としてトリス (2, 4-ジ-*t*-ブチルフェニル) ホスファイト 40 ppm 添加した後、押出し機でペレット化した。このペレットの粘度平均分子量は $14,200$ 、鉄分量は 0.1 ppm 、 $^1\text{H-NMR}$ にて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta = 7.0 \sim 7.5 \text{ ppm}$ の強度を $1,000$ とした場合、 $\delta = 1.02 \sim 1.08$ 及び $6.69 \sim 6.73 \text{ ppm}$ のシグナルの強度が 0 (未検出) (図 1, 図 2, 図 5, 図 6 参照)、離型剤量は 530 ppm であった。

(5) 成形及び検査

上記 (4) で得られたペレットを使用し、実施例 1 の (5) と同様にして径 130 mm 、厚み 1.2 mm のディスク基板を 600 枚製造した。

得られたディスク基板を傷欠陥検査機で検査した結果、バリによる欠陥品は 3.9% であった。また、ディスク基板を 90°C 、 90% の恒温恒湿で 300 時間加速劣化させた後、電気特性検査機を用いて測定したところ、ブロックエラーレートは 29 であった。

【0029】

〔比較例 3〕

(1) ビスフェノール A の製造

実施例 1 の (1) と同様にしてビスフェノール A を得た。

(2) ポリカーボネートオリゴマーの調製

実施例 1 の (2) と同様にしてポリカーボネートオリゴマー溶液を得た。

(3) ポリカーボネートの製造

実施例 1 の (3) と同様にしてポリカーボネートポリカーボネートフレークを得た。

【0030】

(4) ペレットの製造

上記 (3) で得られたフレーク状のポリカーボネートに離型剤としてグリセリンモノステアレート₂を 30 p p m、リン系酸化防止剤としてトリス (2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル) ホスファイトを 40 p p m 添加した後、押出し機でペレット化した。このペレットの粘度平均分子量は 14, 200、鉄分量は 0.1 p p m、¹H-NMR にて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta = 7.0 \sim 7.5$ p p m の強度を 1,000 とした場合、 $\delta = 1.02 \sim 1.08$ 及び 6.69 \sim 6.73 p p m のシグナルの強度が 0 (未検出) (図 1, 図 2, 図 5, 図 6 参照)、離型剤量は 20 p p m であった。

(5) 成形及び検査

上記 (4) で得られたペレットを使用し、実施例 1 の (5) と同様にして径 130 mm、厚み 1.2 mm のディスク基板を 600 枚製造した。

得られたディスク基板を傷欠陥検査機で検査した結果、バリによる欠陥品は 18% であった。

【0031】

【発明の効果】

本発明によれば、離型剤の添加量を必要以上に増やすことなく、バリによる欠陥が少ない光学式ディスク基板の素材として適したポリカーボネート樹脂組成物及び該樹脂組成物を成形してなる光学式ディスク基板を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】実施例 1, 比較例 2, 比較例 3 における ¹H-NMR スペクトルチャート (0 \sim 2 p p m)

【図 2】実施例 1, 比較例 2, 比較例 3 における ¹H-NMR スペクトルチャ

ート (6 ~ 8 p p m)

【図 3】 比較例 1 における ^1H -NMR スペクトルチャート (0 ~ 2 p p m)

【図 4】 比較例 1 における ^1H -NMR スペクトルチャート (6 ~ 8 p p m)

【図 5】 実施例, 比較例における ^1H -NMR スペクトルの拡大チャート (1
. 0 ~ 1. 5 p p m)

【図 6】 実施例, 比較例における ^1H -NMR スペクトルの拡大チャート (6
. 5 ~ 7. 0 p p m)

【符号の説明】

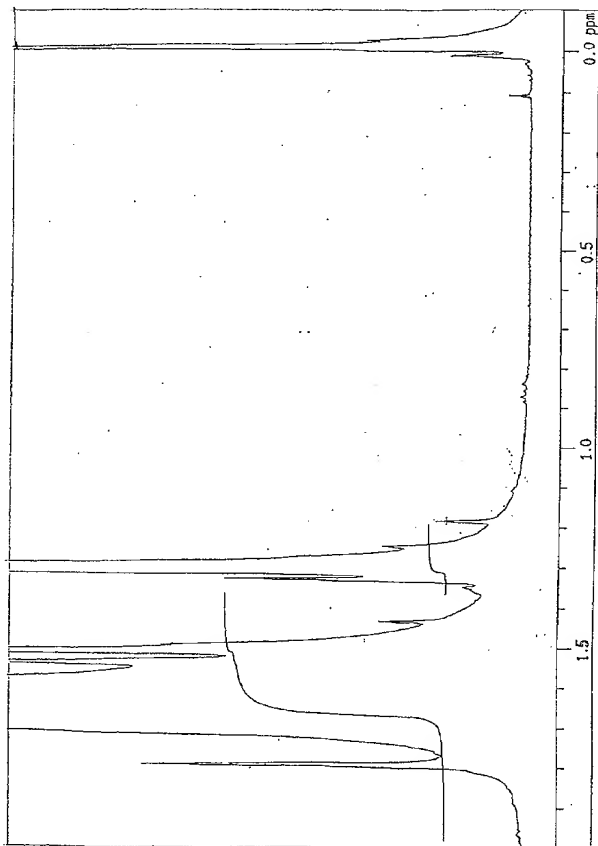
1 : 実施例 1, 比較例 2, 比較例 3 におけるスペクトル

2 : 比較例 1 におけるスペクトル

特2000-234047

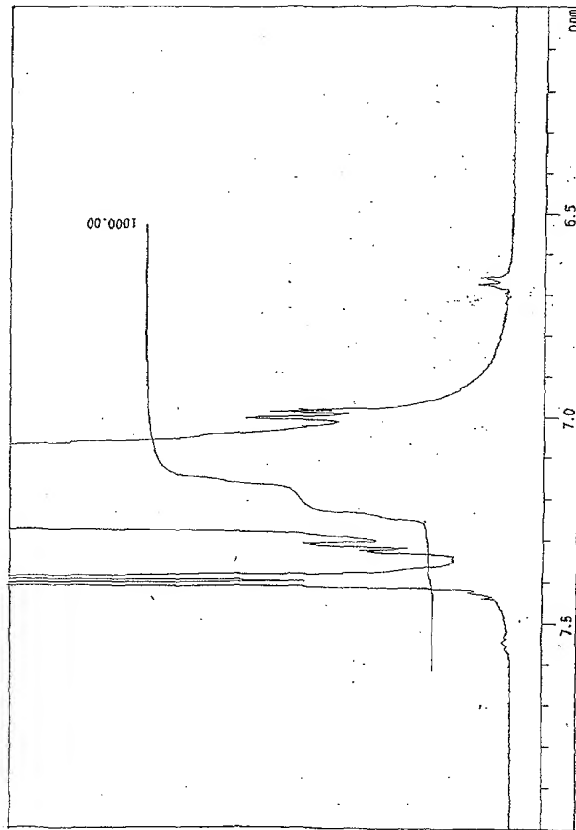
【書類名】 図面

【図1】



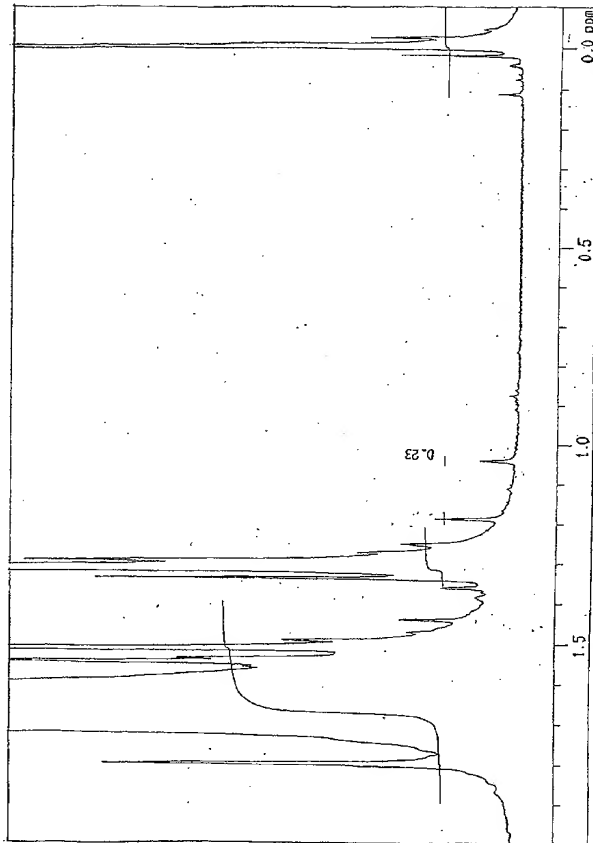
特2000-234047

【図2】



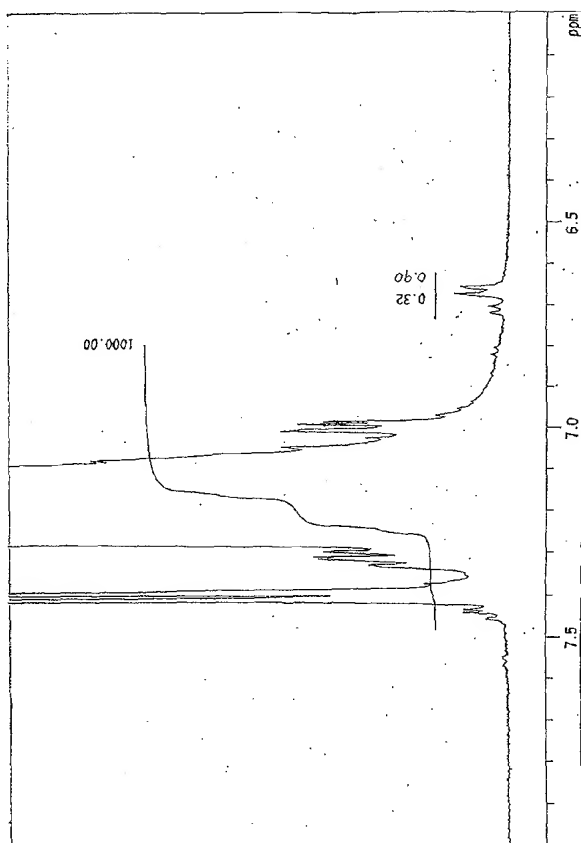
特2000-234047

【図3】



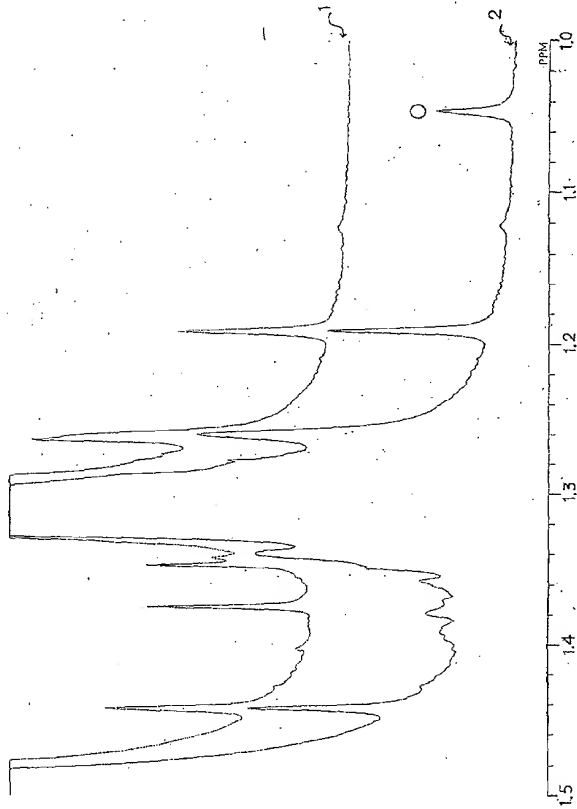
特 2000-234047

【图4】



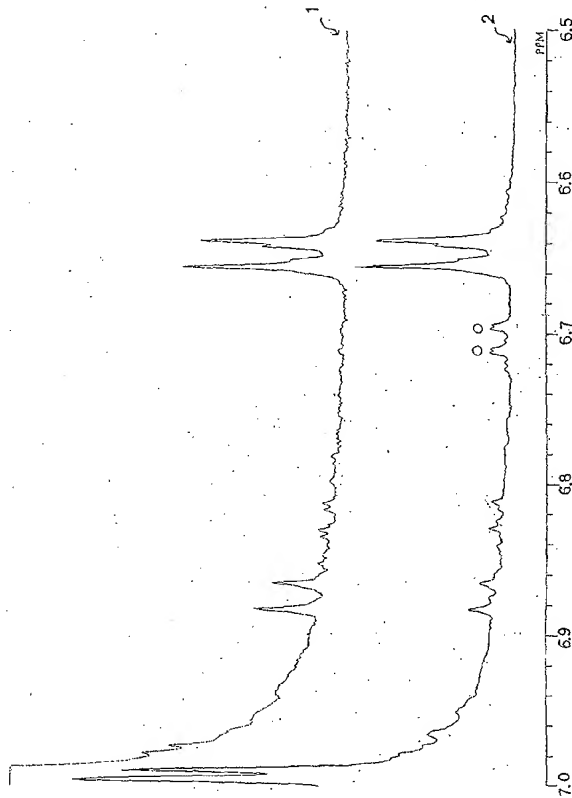
特2000-234047

【図5】



特2000-234047

【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 離型剤の添加量を必要以上に増やすことなく、バリによる欠陥が少ない光学式ディスク基板の素材として適したポリカーボネート樹脂及び該樹脂からなる光学式ディスク基板を提供する。

【解決手段】 下記の条件を満足することを特徴とする光学式ディスク基板用ポリカーボネート樹脂。

- ①粘度平均分子量が10,000～17,000である
- ②鉄分量が0.2ppm以下である
- ③ ^1H -NMRにて測定したスペクトルにてフェニル環に基づくシグナルの化学シフト $\delta=7.0\sim7.5$ ppmの強度を1,000とした場合、 $\delta=1.02\sim1.08$ 及び $6.69\sim6.73$ ppmのシグナルの強度が0.01以下である
- ④離型剤を100～500ppm含有する

【選択図】 なし

特 2000-234047

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-234047
受付番号	50000980823
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成12年 8月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 8月 2日
-------	-------------

次頁無

特 2000-234047

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000183657]

1. 変更年月日 2000年 6月30日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都墨田区横綱一丁目6番1号

氏 名 出光石油化学株式会社